

①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Veröffentlichung**
⑪ **DE/WO 3248883 A1**

⑤1 Int. Cl. 3:
C 22 B 9/02
C 22 B 21/06
C 22 B 26/22

- der internationalen Anmeldung mit der
⑧7 Veröffentlichungsnummer: WO 83/00508
in deutscher Übersetzung (Art. III § 8 Abs. 2 int. Pat. ÜG)
- ②1 Deutsches Aktenzeichen: P 32 48 883.1
⑧6 PCT Aktenzeichen: PCT/US82/01048
⑧6 PCT Anmeldetag: 2. 8. 82
⑧7 PCT Veröffentlichungstag: 17. 2. 83
④3 Veröffentlichungstag der PCT Anmeldung
in deutscher Übersetzung: 30. 6. 83

DE/WO 3248883 A1

③0 Unionspriorität: ③2 ③3 ③1

03.08.81 US 289749

03.08.81 US 289836

⑦1 Anmelder:

Aluminium Company of America, 15069 Pittsburgh,
Pa., US

⑦4 Vertreter:

Ruschke, O., Dipl.-Ing., 1000 Berlin; Ruschke, H.,
Dipl.-Ing.; Rost, J., Dipl.-Ing.; Rotter, U., Dipl.-Chem.
Dr.rer.nat., Pat.-Anw., 8000 München

⑦2 Erfinder:

Yu, Ho, 15668 Murrysville, Pa., US

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤4 Verfahren zur Behandlung von Aluminiumschmelzen

DE/WO 3248883 A1

Zusammenfassung:

Eine Metall- beispielsweise Aluminium-Schmelze wird durch eine Schicht aus in dieser untergetauchten Kontaktflächenkörpern (138) geführt. Die nutzbare Lebensdauer wird verbessert durch in Abständen erfolgendes Reinigen der Kontaktmittelschicht (138) durch Behandlung mit einer kräftigen Gasströmung.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren lassen sich auch Schmelzen wie solche der Leichtmetalle Aluminium und Magnesium, die fein verteilte suspendierte Teilchen enthalten, behandeln, um diese Teilchen zu entfernen. Hierzu führt man die die suspendierten Teilchen enthaltende Schmelze durch das Bett aus in ihr untergetauchten Kontaktflächenkörpern (138) und dann vorzugsweise durch schrägverlaufende Kanäle oder Durchlässe, wobei sie über schräge Oberflächen beispielsweise zwischen parallelen Platten (144) fließt. Auftreibende Teilchen und Agglomerate sammeln sich dabei auf der Unterseite der schrägen Oberflächen 147 an.

Cl/bm

- 11 -

- d -

Verfahren zur Behandlung von Aluminiumschmelzen

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Behandeln einer suspendierte Teilchen enthaltenden Metallschmelze zwecks Entfernung dieser Teilchen.

Die US-PS 2 840 463 offenbart ein Verfahren, bei dem eine Aluminiumschmelze durch ein Bett aus hochtemperaturfestem Material gefiltert wird, um suspendierte Feststoffe aus der Schmelze abzuziehen. Die US-PS 3 039 864 beschreibt ein Verfahren, bei dem Argon oder ein anderes nichtreagierendes Gas im Gegenstrom durch ein Bett aus hochtemperaturfestem Material geführt wird, um aus der Aluminiumschmelze nichtmetallische Verunreinigungen und Wasserstoffgas zu entfernen. Mit diesem Verfahren kann man gelöstes Wasserstoffgas in größeren Mengen - gemeinsam mit den nichtmetallischen Verunreinigungen - ausziehen und die Aluminiumschmelze beträchtlich anreichern. Die US-PSn 3 737 303, 3 737 304 und 3 737 305 beschreiben eine Verbesserung des Verfahrens der US-PS 3 039 864, mit der sich die nutzbare Lebensdauer des Betts aus den hochtemperaturfesten Körpern erheblich verlängern und man andere Arbeitsvorteile erhält; dieses Verfahren war kommerziell sehr erfolgreich. Nach diesen

- 12 -

- 3 -

verbesserten Verfahren läßt man eine kleine Menge Chlorgas bzw. eines chlorhaltigen Gases gemeinsam mit größeren Mengen eines nichtreaktionsfähigen Flußmittelgases in Berührung mit der Aluminiumschmelze durch das hochtemperaturfeste Bett strömen. Die mit diesem Verfahren erreichte verlängerte Lebensdauer eliminierte die Notwendigkeit, einen Gußvorgang zu unterbrechen, um das Filtermittel zu ersetzen; dies war nun während einer zu einem anderen Zweck erforderlichen Unterbrechung - beispielsweise der Justage oder Reparatur einer Gußform - möglich. Im Verlauf der Jahre hat jedoch die Lebensdauer von Gußformen und anderen Gießausrüstungen zugenommen und es hat sich ergeben, daß die weitere Verlängerung der nutzbaren Lebensdauer auch des Filtermittels für die Aluminiumschmelze sich günstig auf den Wirkungsgrad und die Produktivität beim Verarbeiten und Vergießen von Aluminium- und anderen Schmelzen auswirken würde.

Zusätzlich hierzu betrifft die vorliegende Erfindung die Trennung einer Metallschmelze aus beispielsweise Aluminium oder einer Al-Legierung von suspendierten kleinen Teilchen in Form typischerweise einer schwebenden ("buoyant") Phase beispielsweise einer schwebenden flüssigen Salzphase und die Anwendung dieses Verfahrens zum Reinigen von Salzschnmelzen, bei denen als Reaktionsprodukt ein Salz entsteht.

Man hat, um Verunreinigungen zu entfernen, Metallschmelzen (beispielsweise Aluminiumschmelzen einschließlich Legierungen mit mehr als 50 % Al) mit Salz oder mit einem

Gas behandelt, das mit bestimmten Verunreinigungen zu einem Reaktionsprodukt in Form eines Salzes oder einer Kombination eines flüssigen Salzes mit Feststoffen und Gasen reagiert; Verfahren dieser Art sind in den US-PSn 3 767 382, 3 849 119 und 3 839 019 offenbart. Bei diesen Verfahren sind durchweg Absetzmaßnahmen vorgesehen - beispielsweise Trennkammern, um die behandelte Aluminiumschmelze von dem Salz zu trennen, das entweder bei der Behandlung der Aluminiumschmelze zugegeben wird oder sich bei der Behandlung der Al-Schmelze als Reaktionsprodukt bildet. Diese Verfahren sind aber ebenfalls dem Zwang zu einer höheren Produktivität ausgesetzt; dabei treten Schwierigkeiten beim Trennen der suspendierten salzträchtigen und anderen Teilchen von der Al-Schmelze auf. Werden die Teilchen nicht ausreichend entfernt und von der Aluminiumschmelze zur Gießstation mitgeführt, können bei den Gußbarren an und unter der Oberfläche Fehlerstellen entstehen.

Die hier erwähnten Teilchen liegen in Größen von typischerweise weniger als 1 μm bis 40 μm und gelegentlich 50 μm vor. Dabei kann es sich um flüssige Salztröpfchen oder feste Teilchen wie beispielsweise feste Oxidteilchen oder feste Salzteilchen handeln, die am flüssigen Salz haften oder von ihm eingehüllt sind. Die Teilchen sind typischerweise leichter oder schwerer als die Schmelze und könnten im Prinzip unter Ausnutzung der Schwerkraft abgetrennt werden, bleiben aber infolge der von ihrer geringen Größe verursachten Oberflächeneffekte suspendiert. Wäre es nicht wegen ihrer geringen Größe, würden diese schwebenden Teilchen langsam an die Oberfläche steigen und könnten dort

abgeschöpft oder auf ähnliche Weise entfernt werden; die schwereren Teilchen würden sich abwärts aus der Schmelze absetzen. Die bisherigen Bemühungen zum direkten Entfernen der Teilchen sind jedoch nicht vollständig erfolgreich gewesen. Beispielsweise kann beim Durchführen durch ein Filterbett der in der US-PS 3 039 864 genannten Art das Filterbett sich verfrüht zusetzen; in einigen Fällen dringen auch Teilchen bis zur Gießstation hin vor. Die Salze führen typischerweise zu Oxidflecken auf stranggegossenen Barren, die dann Schwierigkeiten verursachen, wenn man die Barren zu Platten und Blechen auswalzt.

Nach der vorliegenden Erfindung führt man eine Schmelze aus Aluminium oder einem anderen Metall durch eine Schicht untergetauchter, d.h. unter dem Schmelzenspiegel befindlicher Kontaktoberfläche wie beispielsweise ein Filterbett. Das Kontaktflächenmittel wählt man dabei auf einen hohen Hohlraumanteil von 0,5 oder mehr sowie eine hohe spezifische Oberfläche (beispielsweise $164 \text{ m}^2/\text{m}^3$ (50 sq.ft./cuft.)) aus. Eine Füllung aus Interloc-Satteln oder Raschig-Ringen ist geeignet. Die Al- bzw. Metallschmelze durchströmt die Kontaktmittelschicht mit geringer Geschwindigkeit und die durch die Schicht strömende Schmelze kann mit einem Gas behandelt werden. Während die Schmelze durch die Kontaktmittelschicht fließt, werden mitgeführte nichtmetallische Teilchen - beispielsweise Oxidteilchen im Fall von Aluminium - wirkungsvoll abgetrennt, sofern das Metall nicht zu schnell durch die Kontaktmittelschicht strömt. Nach einer gewissen Fortdauer dieser Behandlung kann man die Schicht in regelmäßigen Abständen reinigen, indem man eine kräftige Strömung eines Gases durch sie hindurch-

- 15 -

- 6.

schickt, die das Bett stört und Verunreinigungen aus ihm herauslockert, die dann aufsteigen und an der Oberfläche der Schmelze schwimmen. Diese Art der Teilchenentfernung und das regelmäßige Reinigen und Stören der Kontaktmittelschicht zum Ausschwemmen festgehaltener Teilchen hat für das verbesserte Verfahren eine erheblich verlängerte Lebensdauer auch gegenüber der des sehr erfolgreichen Verfahrens nach der US-PS 3 737 305 ergeben.

Weiterhin kann man nach der vorliegenden Erfindung eine Al- oder sonstige Metallschmelze, die feinzerteilte Teilchen suspendiert enthält, bei denen es sich typischerweise um eine schwebende Flüssigkeit wie ein flüssiges Salz oder andere Salz- oder suspendierte Phasen handelt, so behandeln, daß die suspendierten Teilchen verschmelzen oder agglomerieren und sich dann unter der Wirkung der Schwerkraft leichter von der Schmelze trennen. Handelt es sich bei der Schmelze um Aluminium, erleichtert eine agglomerierte Teilchengröße von mehr als 50 μm und vorzugsweise mehr als 60 μm die Trennung mit der Schwerkraft auch bei strömendem Aluminium (sofern die Strömung verhältnismäßig langsam ist).

Unterliegen die agglomerierten Teilchen einem Auftrieb, steigen sie an die Oberfläche und können dort bequem abgeschöpft oder sonstwie entfernt werden. Sinken die agglomerierten Teilchen ab, können sie in einer Auffangvorrichtung zurückgehalten werden. Die Al- oder andere Metallschmelze wird durch eine Schicht aus untergetaucht liegenden Kontaktoberflächen wie beispielsweise eine Füllung aus einem geeigneten hochtemperaturfesten Füllmate-

- 16 -

- 7 -

rial wie Aluminiumoxid mit hohem Hohlraumanteil und hoher spezifischer Oberfläche - beispielsweise Interloc-Sättel oder Raschig-Ringe geführt. Die Schmelze durchströmt die Kontaktmittelschicht verhältnismäßig langsam und ein Gas kann im Gleich- oder Gegenstrom durch das Kontaktmedium geführt werden. Das Verschmelzen oder Agglomerieren der mitgeführten feinen Teilchen findet in der Kontaktmittelschicht statt und die verschmolzenen größeren Teilchen trennen sich von der Schmelze unter der Wirkung der Schwerkraft - beispielsweise indem sie infolge ihres Auftriebs zur Oberfläche aufsteigen.

Ein weiteres Verschmelzen und Agglomerieren der Teilchen bzw. die Bildung von Ansammlungen derselben läßt sich erreichen, indem man die Schmelze vorzugsweise abwärts und seitlich in Berührung mit schräg verlaufenden Oberflächen führt, die vorzugsweise im wesentlichen parallel verlaufen. Aufgetriebene Teilchen sammeln sich auf den schrägen Oberflächen an und laufen typischerweise seitlich aufwärts im Gegenstrom zu der seitlich abwärts strömenden Schmelze. Die verschmolzene aufgetriebene salzführende Phase wird also infolge ihres Auftriebs aus dem Bereich der schrägverlaufenden Oberflächen herausgeführt und steigt zur Oberfläche der Schmelze, wo sie abgeschöpft werden kann. Schwere agglomerierte Teilchen sinken zum Boden und lassen sich mit einer geeigneten Auffangvorrichtung abziehen.

In der Zeichnung zeigen:

Fig. 1 einen schaubildlichen Vertikal-schnitt zur Erläuterung der vorlie-

genden Erfindung;

- Fig. 2 einen schaubildlichen Vertikal-
schnitt, der die Arbeitsweise einer
Ausführungsform des verbesserten Systems
sowie eine für die Durchführung der vor-
liegenden Erfindung geeigneten Anordnung
zeigt;
- Fig. 3 eine stark schematisierte Darstellung
einer Ausführungsform der vorliegen-
den Erfindung in einem Verfahren nach
der US-PS 3 839 019; und
- Fig. 4 eine stark schematisierte Darstellung
einer Ausführungsform der vorliegenden
Erfindung.

Wie die Fig. 1 zeigt, tritt die Schmelze in das Behand-
lungsgefäß 10 durch einen Einlaß 12 ein und fließt in den
Abwärtsteil 14 auf der Einlaßseite der Trennwand 16, die
das Gefäß 10 in die Abwärtskammer 14 und die Aufwärtskam-
mer 18 unterteilt. Im Gefäß 10 befindet sich eine Zone
mit einem die Schmelze nicht verunreinigenden Kontakt-
flächenmittel wie beispielsweise einer Bettfüllung. Die
Schmelze fließt in der Abwärtskammer 14 abwärts durch
das unter dem Schmelzenspiegel befindliche Kontaktmittel
20, unter der Trennwand 16 hindurch und dann in der Auf-
wärtskammer 18 aufwärts und verläßt das Gefäß 10 schließ-
lich durch den Auslaß 21. Beim Durchfließen der Schicht
20 kann die Schmelze mit einer Gasströmung behandelt
werden, die durch eine Streuvorrichtung 22 eintritt. In
der in Fig. 1 gezeigten Ausführungsform steigt das durch
die Streuvorrichtung 22 eintretende Gas in der Abwärts-
kammer 14 und im Kontaktmittelbereich 20 in ihr im

- 18 -

- 9 -

Gegenstrom zur Schmelze auf, die in der Kammer 14 abwärts fließt. Eine Abwärtsströmung der Schmelze durch den Kontaktmittelbereich 20 ist bevorzugt, obgleich auch eine Aufwärtsströmung möglich ist.

Bei der Behandlung einer Aluminiumschmelze kann es sich bei dem durch die Streuvorrichtung 22 eingeführten Gas um ein nichtreagierendes Gas, ein halogen- oder chlorhaltiges Gas oder eine Mischung solcher Gase handeln. Für Aluminium kann es sich bei dem nichtreagierenden Gas um eines der in der US-PS 3 039 864 beschriebenen Gase einschließlich der Inertgase des Periodischen Systems, Helium, Neon, Argon, Krypton und Xenon, sowie deren Mischungen handeln; Argon ist bevorzugt, da es billig und leicht erhältlich ist. Auch Stickstoff und Kohlendioxid sind geeignet, obgleich man dann unter Umständen Vorkehrungen treffen muß, um die Bildung von Nitriden, Oxiden, Carbiden und deren Komplexen zu verhindern. Alle diese Gase gelten für die Durchführung der vorliegenden Erfindung bei der Behandlung von Aluminiumschmelzen als nichtreagierend. Halogenhaltige Gase wie die Freone lassen sich einsetzen, desgleichen chlorhaltige Gase wie Chlorgas, Aluminiumchlorid und Hexachloräthan; Chlorgas ist bevorzugt, da es billig und in vielen vorhandenen Anlagen mit den bestehenden Einrichtungen verträglich ist. Eine typische Gasmischung kann aus einer größeren Menge Argon und einer kleineren Menge eines chlor- oder halogenhaltigen Gases wie 1 bis 50 Teilen, vorzugsweise 1 bis 10 Teilen, chlor- oder halogenhaltiges Gas und etwa 99 bis 50 Teilen, typischerweise 99 bis 90 Teilen eines nichtreagierenden Flußmittelgases (Volumenteile) bestehen. Auch andere Mischun-

- 19 -

- 10 -

gen sind jedoch brauchbar - beispielsweise Mischungen mit etwa gleichen Anteilen des chlor- bzw. halogenhaltigen und des nichtreagierenden Gases oder auch mit einem größeren Anteil des chlor- bzw. halogenhaltigen Gases. Die Gase der Mischung sollten jedoch vor dem Eintritt in die Zone 20 vorgemischt werden, wie in Fig. 1 angedeutet.

Die Menge des Flußmittelgases zur Behandlung der Aluminiumschmelze liegt zwischen etwa 0,2 und etwa 2,2 Liter/Std. und Quadratcentimeter Querschnittsfläche (0,005 - 0,5 SCFH/sq.in.) im Bereich 20 in einer zur Gasströmung rechtwinkligen Ebene, i.e. in der Horizontalebene in Fig. 1, die im rechten Winkel zur aufwärts gerichteten Gas- und abwärts gerichteten Schmelzenströmung verläuft. Bevorzugte Gasströmungen sind 0,07 bis 0,88 Liter/Std. pro Quadratcentimeter (0,015 - 0,2 SCFJ/in.²). Diese Werte gelten für die Behandlung von Al-Schmelzen nach der vorliegenden Erfindung. Wie im folgenden erläutert wird, ist die Gasströmung zum regelmäßigen Rückspülen des Bereichs 20 stärker. Es ist erwünscht, daß die Streuvorrichtung 22 einen wesentlichen Teil der Querschnittsfläche unter der Kontaktmittelzone 20 einnimmt, um die Gase im Kontaktbereich 20 breit und gleichmäßig zu verteilen. Man verwendet also entweder eine einzige große Streuvorrichtung 22, wie in Fig. 1 gezeigt, oder eine Vielzahl kleinerer Streuvorrichtungen. Zur Verteilung des Gases über eine breite Zone kann es ratsam sein, schrägverlaufende Leitflächen 17 unter der Haupttrennwand 16 vorzusehen, die die Metallströmung unter der Trennwand 16 allgemein schräg abwärts hindurchführen. Auf diese Weise läßt sich die Gasmenge verringern, die unter der Trennwand 16 hindurchtreten kann, so daß das Gas in der Hauptkontaktzone 20 zurück-

- 20 -

- 11 -

gehalten wird, wo es vorteilhaft auf die Schmelze einwirken kann. Es werden also bevorzugt seitlich abwärts geneigte Leiteinrichtungen vorgesehen, um die Schmelze aus der Gaskontaktzone herauszuführen, die in der Ausführungsform der Fig. 1 die Hauptkontaktmittelzone 20 ist. Auf diese Weise läßt sich die Gasmenge, die aus der Zone 20 entweichen kann, erheblich verringern, und es fließt im wesentlichen nur noch Schmelze aus der Zone 20 heraus.

Nach der vorliegenden Erfindung ist wichtig, das Kontaktflächenmittel 30 für die Hauptkontaktzone 20 richtig auszuwählen. Eine erste Forderung für dieses Kontaktflächenmittel ist, daß sein Hohlraumanteil hoch sein muß, d.h. derjenige Anteil des Gesamtvolumens, der nicht vom festen Material wie dem Füllstoff oder untergetauchten Körpern besetzt und daher für die Schmelzenströmung durch den Kontaktflächenbereich 20 verfügbar ist. Der Minimalwert für den Hohlraumanteil sollte nach der vorliegenden Erfindung etwa 0,4 bzw. etwa 0,5 betragen und ist zweckmäßigerweise etwa 0,6; bevorzugt setzt man einen Hohlraumanteil von etwa 0,7, 0,8 oder mehr an. Ein Hohlraumanteil von 0,6 entspricht fast dem Doppelten eines Filterbetts aus Aluminiumoxidkugeln mit einem Durchmesser von 19,05 mm (3/4 in.) oder eines Filterbetts aus feinteiligen Aluminiumoxidteilchen von beispielsweise -4 + 6 mesh (US-PSn 3 737 305, 3 039 864), bei denen der Hohlraumanteil jeweils etwa 0,33 beträgt. Der hohe Hohlraumanteil nach der vorliegenden Erfindung erleichtert das Haftenbleiben kleiner nichtmetallischer und anderer Teilchen an den Kontaktflächen, um sie aus der langsam durch die Kontaktzone 20 strömenden Metallschmelze zu entfernen.

Eine zweite Forderung für das Kontaktflächenmittel 30 ist, daß seine spezifische Oberfläche (Oberfläche bezogen auf die Volumeneinheit) hoch sein muß, so daß man eine ausreichend große Oberfläche für das Entfernen nicht-metallischer Teilchen erhält. Nach der vorliegenden Erfindung beträgt für das Kontaktflächenmittel die spezifische Oberfläche mindestens $82 \text{ m}^2/\text{m}^3$ (25 sq.ft./cu.ft.); zweckmäßig ist eine spezifische Oberfläche von 164 oder $246 \text{ m}^2/\text{m}^3$ (50 bzw. 75 sq.ft./cu.ft.), und ein Wert von mehr als $262 \text{ m}^2/\text{m}^3$ (80 sq.ft./cu.ft.) ist bevorzugt. Werte von mehr als $295 \text{ m}^2/\text{m}^3$ (90 sq.ft./cu.ft.) scheinen überlegene Ergebnisse zu liefern. Sofern sich dabei auch ein ausreichender Hohlraumanteil erreichen läßt, ist eine spezifische Oberfläche von $393 \text{ m}^2/\text{m}^3$ ($120 \text{ sq.ft./cu.ft.}$) erwünscht. Die folgende Tabelle 1 ergibt für geeignete Füllstoffe (Interloc-Sättel und Raschig-Ringe) nach der vorliegenden Erfindung sowie Vergleichsmaterialien die Hohlraumanteile und durchschnittlichen spezifischen Oberflächen an. Die Vergleichsstoffe entsprechen denen der US-PSn 3 737 305 und 3 039 864.

Tabelle 1

<u>Füllstoff</u>	<u>mittl. Hohlraum- anteil im Bett</u>	<u>mittl. spezifische Oberfläche (m^2/m^3 - ft^2/ft^3)</u>
1/2"-Interloc-Sättel	0,78	623 - 190
1/2" x 1/2"-Raschig-Ringe	0,85	305 - 93
Kugeln 3/4" Durchmesser	0,33	177 - 54
Teilchen -6+14 mesh	0,33	843 - 257

Wie sich aus dieser Tabelle ergibt, sind 3/4"-Kugeln oder kleine Teilchen, wie sie in den genannten Patentschriften

- 22 -

- 13 -

angegeben sind, für die vorliegende Erfindung nicht geeignet. Betten aus diesen Materialien setzen sich schnell zu, so daß infolge des Druckabfalls über der Zone 20 der Schmelzenspiegel auf der Einlaßseite 12 über den im Auslaßbereich 21 ansteigt. Ist einmal der Spiegel an der Einlaßseite 12 zu weit über den in der Auslaßzone 21 angestiegen, wie es beim Stand der Technik vorkommen kann, ist dieser Zustand irreversibel und verstärkt sich, so daß der Betrieb schließlich unterbrochen werden muß, da nicht mehr genug Schmelze durch die Behandlungszone fließen kann. Das offenere Bett, das man mit Sätteln oder Ringen erhält, erfüllt jedoch den Zweck der vorliegenden Erfindung. Ringe lassen sich herstellen, indem man rohrförmige oder hohlzylindrische Profile zu verhältnismäßig kurzen Abschnitten aufschneidet.

Das für das Kontaktflächenmittel 30 (beispielsweise die Raschig-Ringe oder Interloc-Sättel) gewählte Material sollte die Schmelze nicht verschmutzen und in der Schmelze eine langanhaltende Oberflächenbeständigkeit zeigen, ohne anzuschmelzen oder in seinen Eigenschaften so stark nachzulassen, daß das Verfahren oder die gewünschten Ergebnisse beeinträchtigt werden. Handelt es sich um eine Aluminiumschmelze, sind typische Temperaturen 675 bis 815°C (1250 bis 1500°F); unter derartigen Temperaturen muß das Kontaktflächenmittel 30 beständig sein. Geeignete hochtemperaturfeste Materialien für die Verwendung in Aluminium, die einen höheren Schmelzpunkt als Aluminium haben und diesem gegenüber im wesentlichen inert sind, sind unter anderem Chromit, Korund, Forsterit, Magnesiumoxid-spinell, Periklase, Siliziumcarbid und Zirkon. Aluminium-

- 23 -

- 14 -

oxid (synthetisches Korund) ist für eine Aluminiumschmelze das bevorzugte nichtkontaminierende Material. Kohlenstoffhaltige Materialien, wie sie sich aus aufgebrauchten Kohleanoden herstellen lassen, sind für Aluminiumschmelzen ebenfalls geeignet, obgleich sie aufzutreiben neigen; unter Umständen muß über der Zone 40 eine Einrichtung wie beispielsweise ein Gitter oder Netz aus hochtemperaturfestem Material vorgesehen werden, damit das kohlenstoffhaltige Material nicht aus der Zone her austreiben kann. Der Ausdruck "nicht verunreinigend" bzw. "nichtkontaminierend" soll daher sowohl hochtemperaturfeste als auch kohlenstoffhaltige sowie andere Stoffe umfassen, die im engen Sinne des Wortes gegenüber Aluminium nicht vollständig "hochtemperaturfest", aber stabil genug sind, um in die Schmelze keine unerwünschten Fremdstoffe einzuführen.

Die Dicke der Kontaktmittelschicht 30 beträgt mindestens 150 mm (6 in.), vorzugsweise 250 mm (10 in.), 375 mm (15 in.) oder mehr. Ein Bett von etwa 510 mm (20 in.) ist wünschenswert. Auf diese Weise erhält man die erwünschte Kontaktdauer zwischen der Schmelze und den Kontaktmitteloberflächen, um ein Entfernen nichtmetallischer Teilchen zu fördern und eine ausreichend lange Berührung des Metalls durch das gegebenenfalls in den Kontaktbereich 20 eingeführte Gas zu ermöglichen.

Während das Metall durch die Kontaktzone 20 fließt, sollte es eine verhältnismäßig niedrige Geschwindigkeit haben. Die Oberflächengeschwindigkeit ("superficial velocity") der Schmelze (Geschwindigkeit beim Fehlen des Kontakt- bzw.

Füllmittels 30) in der Zone sollte niedriger als etwa 0,15 m/min (0,5 ft./minute), vorzugsweise niedriger als 0,12 m/min (0,4 ft./minute) oder 0,09 m/min (0,3 ft./minute) sein; beispielsweise ist eine Geschwindigkeit von etwa 0,075 m/min (0,25 ft./minute) geeignet. Jedoch erhält man auch mit Geschwindigkeiten von bis zu 0,23 m/min (0,75 ft./minute) oder 0,3 m/min (1 ft./minute) brauchbare Ergebnisse. Bei der in der Fig. 1 gezeigten Anordnung, die keine weiteren Vorkehrungen zur Teilchenentfernung hinter der Zone 20 aufweist, gilt eine Geschwindigkeit von nicht mehr als 0,15 m/min (0,5 ft./minute) als besser. Die Teilchen verschmelzen und werden im Kontaktmittel abgefangen, so daß sie aus der behandelten Schmelze gründlich entfernt werden, und dieses gemeinsame Verschmelzen und Entfernen wird durch verhältnismäßig niedrige Strömungsgeschwindigkeiten gefördert.

Wie bereits erwähnt, führt man bei der Durchführung der vorliegenden Erfindung ein Flußmittelgas oder auch eine Flußmittelgasmischung in die Kontaktzone 20 zur Behandlung der Aluminiumschmelze ein. Enthält die Gasmischung ein halogen- oder chlorhaltiges Gas, kann dieses Spurenelemente wie Natrium und Calcium ausziehen und auch das Entfernen von Oxiden und gelösten gasförmigen Verunreinigungen unterstützen. Diese Gasbehandlung erfolgt gewöhnlich bei verhältnismäßig geringen Strömungsstärken in der Größenordnung von etwa 0,22 Liter/Std. pro Quadratcentimeter Querschnittsfläche (0,05 SCFH per sq.in.) im rechten Winkel zur Gesamtbewegung der Schmelze und des Gases im Bett (d.h. in der Horizontalebene). Die Erfindung umfaßt jedoch auch die in regelmäßigen Abständen erfolgende Verwendung von Gasströmungen, die das Doppelte oder Dreifache

3248883

- 25 -

- 16 -

dieses Wertes betragen, um das Mittel 30 zu stören und aus ihm Teilchen herauszulösen, die vorher aus der Schmelze entfernt worden sind, damit diese an die Oberfläche steigen und sich dort zu einer Schicht 36 sammeln. Geeignete Spülstärken sind etwa 0,035 bis 0,039 Liter pro Quadratzentimeter und Stunde (0,008 - 0,009 SCFH) bis etwa 2,64 - 3,08 Liter pro Stunde und Quadratzentimeter (0,06 - 0,7 SCFH/sq.in.); geeignete Werte sind etwa 0,11 - 1,54 Liter pro Stunde und Quadratzentimeter (0,025 - 0,035 SCFH/sq.in.), sofern sie ausreichen, um das Kontaktmittel 30 zu stören und Teilchen aus ihm auszulösen. Da das Kontaktmittel 30 dabei stark gestört wird, sieht man darüber vorzugsweise ein schweres Abdeckmaterial vor, beispielsweise eine Einzelschicht aus Kugeln 34 mit einem Durchmesser von 19 - 25 mm (0,75 - 1,0 in.) aus hochtemperaturfestem Material. Auf diese Weise ist verhindert, daß die zum Spülen der Zone 20 verwendeten verhältnismäßig starken Strömungen die Kontaktmittelelemente - beispielsweise die Raschig-Ringe oder Interloc-Sättel 30 - aus der Zone 20 herausdrücken und zu entfernen. Nach der Erfindung wird also das Bett in regelmäßigen Abständen gereinigt, indem man mit einer Gasströmung das Mittel 30 stört, um Teilchen aus ihm herauszulösen und zu entfernen. Diese Reinigungsbehandlung kann zu beliebiger Zeit erfolgen. Beispielsweise kann man sie zurückstellen, bis der Schmelzenpegel auf der Einlaßseite 12 erheblich höher liegt als im Auslaßbereich 21. Es ist jedoch nicht nötig, so lange zu warten. Das Reinigen kann auch bei einer Unterbrechung der Metallströmung erfolgen - beispielsweise bei einer Unterbrechung des Gießvorgangs oder einem vorgehenden oder nachfolgenden Vorgang, der den Schmelzenfluß durch das Ge-

fäß 10 verzögert oder unterbricht. Vorzugsweise wird beim Reinigen der Schmelzenfluß durch die Zone 20 unterbrochen, so daß es dann am zweckmäßigsten wird, die Reinigung während einer Unterbrechung des Schmelzenflusses durchzuführen, die von einer vorgehenden oder nachfolgenden Operation verursacht wird. Falls jedoch ohne Unterbrechungen und kontinuierlich gegossen wird und eine Unterbrechung nicht möglich ist, kann der aus dem während des Reinigens durch die Zone 20 laufenden Schmelze gegossene Strang Verunreinigungen enthalten, die seine Qualität beeinträchtigen. Es wird darauf hingewiesen, daß es nicht praktikabel ist, ein Bett wie das in der US-PS 3 737 305 gezeigte zu reinigen und ein Bett aus feinteiligen hochtemperaturfesten Teilchen (beispielsweise 3 bis 14 mesh) zu verwenden, da die starken Gasströmungen sich mit dem verhältnismäßig kleinen Hohlraumanteil dieser Filterbetten nicht vertragen und sie aufreißen würden. Bei dem Verfahren nach der US-PS 3 737 305 findet ein gewisses kontinuierliches Ausschwemmen der Verunreinigungen aus dem feinteiligen Filterbett statt. Dieses kontinuierliche Ausschwemmen verlängert zwar die nutzbare Lebensdauer des Betts, erlaubt aber dennoch die Ansammlung von nichtmetallischen Teilchen im Filterbett, infolgedessen schließlich der Druckabfall steigt und die Schmelze auf der Einlaßseite 12 über die Trennwand 16 zum Auslaß 21 hin ansteigt und der Schmelzenspiegel auf der Einlaßseite 12 erheblich höher als Auslaßpegel 21 liegen kann. Hat dieses Druckgefälle sich im Verfahren nach der US-PS 3 737 305 einmal aufgebaut, ist es normalerweise irreversibel und führt schließlich zu der Notwendigkeit, das Bett auszutauschen. Mit der Verbesserung nach der vorliegenden Erfindung läßt das Bett sich wiederholt mit

- 18 -

Die Fig. 2 zeigt nun das verbesserte System 110 mit einem Gefäß 112, das mit einem geeigneten hochtemperaturfesten oder einem nichtreagierenden Material aufgebaut bzw. ausgekleidet und mit einem Deckel 114 versehen ist. Die Einlaßtrennwand 118 bildet eine Einlaßkammer 120, die Auslaßtrennwand 124 eine Auslaßkammer 130. In der Einlaßkammer 120 befindet sich eine Zone 140 aus untergetauchten Kontaktflächenelementen - wie beispielsweise einer Füllung, wie gezeigt - mit hohem Hohlraumanteil und hoher spezifischer Oberfläche. Die Füllung 138 - beispielsweise Interloc-Sättel oder Raschig-Ringe - bietet geeignete Kontaktflächen und läßt sich durch größere Kugelelemente 139 in der Sollhöhe halten. Alternativ kann man die Kontaktflächen in der Zone 148 anordnen, d.h. rechts von der Trennwand 118 (Fig. 2), oder man kann gepackte Betten beiderseits der Trennwand 118 vorsehen. Liegt das Bett nur in der Zone 148, sollte die Trennwand 118 nach links (Fig. 2) verschoben werden. Die untergetauchten Kontaktflächen bzw. das gepackte Bett bildet eine erste Behandlungszone 140 nach der Ausführungsform in Fig. 2, die eine Gasstreuvorrichtung 150 innerhalb oder unter der Füllung 138 enthalten kann, um ein Gas bzw. eine Gasmischung aus einer Versorgungsleitung 152 zuzuführen. Wo das Kontakt-

mittel 138 sich zusätzlich zu oder anstelle des Betts in der Kammer 120 in der Zone 148 befindet, kann eine Gasstreuvorrichtung auch für dieses Bett vorgesehen sein, falls erwünscht.

Die Fig. 2 zeigt eine zweite Behandlungszone 136 zwischen der Ein- und der Auslaßtrennwand 118, 124. In der Zone 136 befinden sich parallele Platten 144, die schräg abwärts zur Auslaßkammer 130 verlaufen. Die Fig. 2 zeigt drei solche Platten 144; die Anzahl kann aber auch größer oder kleiner sein und hängt von den hier angegebenen Forderungen ab.

Im Betrieb fließt die Metallschmelze, die feinteilige agglomerierbare Teilchen einer Größe von typischerweise weniger als einem Mikrometer bis zu 40 μm oder möglicherweise auch 50 μm mitführt, die Einlaßkammer 120 hinab und durch die erste Zone 140 mit den untergetauchten Oberflächenkontaktelementen wie der Kontaktmittel 138. Innerhalb der Zone 140 verschmelzen oder agglomerieren die suspendierten Salz- oder anderen feinen Teilchen zu größeren Teilchen von typischerweise mehr als 50 oder 60 μm . Wo die suspendierten Teilchen Auftrieb erfahren, agglomerieren sie in der Zone 140 zu größeren Teilchen, von denen viele an die Oberfläche aufsteigen und dort als Phase 141 schwimmen. Einige agglomerierte auftreibende Teilchen können unter der Trennwand 118 hindurchtreten und steigen in der Kammer 136 als schwimmende Phase 142 auf. Wo die Teilchen schwer sind oder absinken wollen, sammeln sie sich unter der Zone 148 und lassen sich in regelmäßigen Abständen abziehen. Nach dem Durchlaufen der Zone 140 fließt die Schmelze vorzugsweise abwärts zur Auslaßkammer 130, wobei sie durch die

- 29 -

- 20 -

Kanäle 143 zwischen den parallelen Platten 144 fließt. Die Schmelze bewegt sich dabei zwischen den Platten 144 verhältnismäßig langsam mit einer im wesentlichen laminaren Strömung. Während die Schmelze zwischen den Platten 144 laminar hindurchfließt, sammeln sich aufgetriebene Teilchen (einschließlich solcher, die in der Zone 140 verschmolzen sind) und verschmelzen oder agglomerieren weiter zu einer agglomerierten Phase 146 auf der Unterseite 147 der Platten 144. Die auftreibende agglomerierte Phase 146 bewegt sich seitlich aufwärts (nach links in Fig. 2) im Gegenstrom zur Schmelze, die zwischen den Platten 144 seitlich abwärts fließt. Die agglomerierte auftreibende Phase 146 bewegt sich also entlang der Unterseite der Platten 144 aufwärts und steigt, nachdem sie von der oberen Kante der Platten 144 frei ist, zur Oberfläche in der Behandlungszone 136 auf, wo sie sich an der Oberfläche der Zone 136 zu einer schwimmenden Schicht 142 sammelt. Wenn Teilchen sinken, sammeln sie sich bei 155 und können dort in Abständen entfernt werden. Die Kanäle 143 zwischen den Platten 144 bewirken also ein Ansammeln und ein weiteres Agglomerieren der typischerweise bereits in der Zone 140 agglomerierten Teilchen, so daß die Abtrennung der Teilchen von der Schmelze weiter verbessert wird.

Wie die Fig. 2 zeigt, kann im unteren Teil der Zone 140 und der Kontaktmittelschicht 138 ein Gas durch eine Streuvorrichtung 150 eingeführt werden, die an ein Gas-einlaßrohr 152 angeschlossen ist. Handelt es sich bei der Metallschmelze um Aluminium, können geeignete Gase verhältnismäßig inerte Gase wie Helium, Neon, Argon,

- 30 -

- 21 -

Krypton und Xenon oder - weniger bevorzugt - Kohlenmonoxid, Stickstoff, Kohlendioxid oder auch verschiedene andere Gase angewandt werden, sofern sie keine Fremdstoffe in die Aluminiumschmelze einführen. Falls erwünscht, kann man das inerte oder nichtreagierende Gas mit einem chlor- oder anderen halogenhaltigen Gas mischen, beispielsweise einem Halogenkohlenstoffgas (beispielsweise Freon) in einem Verhältnis von etwa 50 bis 99 % nichtreagierendes Gas zu 50 bis 1% Chlor-, chlorhaltiges bzw. halogenhaltiges Gas. Beispielsweise ist eine Mischung aus 85 bis 99 % Argon und 15 bis 1 % Chlor oder Freon brauchbar. Bei Verwendung eines chlor- oder halogenhaltigen Gases lassen sich Spurenelemente wie Natrium und Calcium sowie auch Oxide- und gelöste Gasverunreinigungen aus dem Bett 140 entfernen. Das Gas kann auch dazu dienen, das Mittel 140 zu durchspülen und die Freigabe agglomerierter auftreibender Teilchen zu erleichtern, die dann zur überstehenden Schicht 141 aufsteigen. Durch in Abständen erfolgendes Reinigen des Kontaktmittels mit einer stärkeren Gasströmung kann man agglomerierte Teilchen freisetzen, die die Kontaktmittelschicht festgehalten hat, und nach einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung verwendet man ein Flußmittelgas während des Betriebs im wesentlichen kontinuierlich und verstärkt die Gasströmung in Abständen auf das 1,5- bis 2- oder auch 3-fache, um das Bett so stark zu stören, daß agglomerierte festgehaltene Teilchen aus ihm herausgelöst werden und zur Oberflächenphase 141 aufsteigen können. Während dieser verstärkten Reinigungsströmung unterbricht man bevorzugt die Metallströmung durch die Zone 140, da das Stören der Kontaktmittelschicht zu einer Störung des Reinigungsvorgangs der Schmelze selbst führen kann. Diese Unterbrechung ist normalerweise leicht

- 34 -

- 35 -

erreichbar, indem man die Reinigungs- bzw. Spülvorgänge für Ausfallzeiten ansetzt - beispielsweise für das Auswechseln oder Nachstellen der Formen usw. Die "Unterbrechung" der Metallströmung in der Zone 140 soll bedeuten, daß die Gesamtströmung zwar unterbrochen wird, trotzdem aber eine gewisse Bewegung der Schmelze in der Zone 140 stattfinden kann - beispielsweise infolge des starken Gasdurchsatzes.

In der Zone 140 soll die Schmelze über größere Oberflächen bei verhältnismäßig niedriger Geschwindigkeit bewegt werden, um die gewünschte Agglomeration der Salz- und anderen Teilchen zu erleichtern. Die Oberflächengeschwindigkeit der Schmelze (Geschwindigkeit ohne Kontaktmittel bzw. -füllung 138) in der Zone 140 beträgt geeigneterweise weniger als 1,53 m/min (5 ft./minute); ein niedrigerer Wert von weniger als 0,9 m/min (3 ft./minute) ist besser und weniger als 0,31 - 0,62 m/min (1 - 2 ft./minute) sind bevorzugt. Für eine Aluminiumschmelze entspricht eine Geschwindigkeit von 0,305 m/min (1 ft./minute) einem Materialdurchsatz von 4,22 kg pro Stunde und Quadratzentimeter Querschnitt (60 lbs./hr.-sq.in.) in der Zone 140, und zwar gemessen in einer Horizontalebene (rechtwinklig zur Bahn der mittleren Metallbewegung). Die Verweilzeit der Schmelze in der Zone 140 sollte 0,25 bis 0,5 Minuten oder mehr, bevorzugt 0,75 Minuten oder mehr betragen.

Nach einer bevorzugten Durchführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens setzt man eine so hohe Metallgeschwindigkeit in Kontaktmittel an, daß agglomerierte Teilchen aus

- 32 -

- 43 -

der Zone 140 durch die Metallbewegung herausgelöst werden. Eine Oberflächengeschwindigkeit von etwa 0,15 m/min (0,5 ft./minute) oder mehr - beispielsweise 0,17 m/min (0,55 ft./minute), 0,18 m/min (0,6 ft./minute) 0,20 m/min (0,65 ft./minute) oder mehr - sind bevorzugt. Auf diese Weise läßt sich das Ansammeln agglomerierter Teilchen in der Zone 140 so weit verhindern, daß der Schmelzendurchfluß keinen Widerstand erfährt. Nach dieser bevorzugten Ausführungsform führt die die Kontaktflächenzone verlassende Schmelze erhebliche Mengen (auch einen größeren Anteil, beispielsweise 60 %) der in der Zone 140 agglomerierten Teilchen mit sich. Da dann die größeren agglomerierten Teilchen, die sich bei der Verbesserung ergeben, sich durch die Schwerkraft abtrennen lassen, kann man sie leicht entfernen; daher läßt man diese Schmelze nach dem Durchlaufen der Kontaktmittelschicht wünschenswerterweise durch eine Schwerkraftabtrennzone fließen. Eine solche Zone stellt man bevorzugt mit den schrägen Platten 144 dar, die auf sehr wirkungsvolle Weise dazu dienen, die mit der Schmelze aus der Kontaktmittelschicht herausgeführten agglomerierten Teilchen abzutrennen. Während einige Teilchen - beispielsweise Oxide - nach ihrer chemischen Zusammensetzung eine höhere Dichte als die Schmelze (beispielsweise Aluminium) haben sollten, erteilt die offene poröse Struktur der agglomerierten Teilchen ihnen oft eine Gesamtdichte, die eine Schwerkrafttrennung der Teilchen vom Metall durch eine Auftriebs- bzw. Aufwärtsbewegung bewirkt. Dieser Umstand erleichtert ein einfaches Entfernen aus der schwimmenden Phase 142, in der Oxide, Salze und andere Phasen auf der Schmelze durch die Oberflächenspannung (Grenzflächenspannung) der Schmelze in der Schwebe gehalten werden, so daß diese Ma-

- 33 -

- 34 -

terialien dort festgehalten werden und leicht entfernt werden können. Mit dieser bevorzugten Durchführungsform der vorliegenden Erfindung läßt die Lebensdauer des Kontaktmittels sich erheblich verlängern. Weiterhin läßt sie sich mit der bevorzugten Ausführungsform eines in regelmäßigen Abständen erfolgenden Reinigens bzw. Aufstörens der Kontaktmittelschicht durch eine verstärkte Gasströmung kombinieren, so daß die Notwendigkeit eines Austauschs des Kontaktmittels im wesentlichen entfällt. Dieses Ergebnis erhält man infolge des hohen Hohlraumanteils und der hohen spezifischen Oberfläche des Mittels nach der vorliegenden Erfindung. Zur Erläuterung der erreichbaren Verbesserung der nutzbaren Lebensdauer wurde das System nach der US-PS 3 737 305 hinter dem System der US-PS 3 839 019 angeordnet und ergab eine Verbesserung der das System der US-PS 3 839 019 verlassenden Schmelze bei guter Lebensdauer des Filterbetts. Als das System der US-PS 3 737 305 durch die hier offenbarte Verbesserung unter Einsatz von Raschig-Ringen ersetzt wurde, ergab sich eine Verlängerung der Lebensdauer auf das insgesamt Fünffache, was potentiell auf eine weit größere Verlängerung hinausläuft, da der Zellbetrieb aus Gründen abgebrochen werden mußte, die mit der Lebensdauer des Filterbetts nichts zu tun hatten.

Die in Fig. 2 gezeigten schrägen Platten 144 können auf beliebige Weise und in unterschiedlichen Konfigurationen angeordnet werden, wie zur Durchführung der vorliegenden Erfindung geeignet. Die Platten sollten aus Materialien hergestellt werden, die von der Schmelze nicht angegriffen werden und keine Fremdstoffe in sie einführen. Zur Behand-

- 34 -

- 25 -

lung einer Aluminiumschmelze sind geeignete Plattenmaterialien Graphit, Siliziumcarbid, Kohlenstoff, Aluminiumoxid und andere Stoffe, die eine Al-Schmelze nicht verunreinigen. Die Platten sind flach dargestellt, können aber auch gewellt sein, und zwar insbesondere im rechten Winkel zur Zeichenebene der Fig. 2. Weiterhin kann man anstelle der Platten die schrägen Flächen als Gruppe von Rohren vorsehen, die in der in Fig. 2 gezeigten allgemeinen Anordnung gestapelt sind. Auf diese Weise erhält man Strömungsweise im Innern und in den Räumen zwischen nebeneinanderliegenden runden Rohren (rauten- oder dreieckförmig, je nach der Stapelungsart der Rohre). Dabei können die Rohre mit quadratischem, rechteckigem oder viereckigem Querschnitt ausgeführt sein. Die Anzahl der Platten bzw. die Anzahl der Zwischenräume oder Kanäle zwischen den Platten ist abhängig von dem erwünschten Gesamtdurchsatz der Anlage bei laminarer Strömung zwischen den gegenüberliegenden Flächen 147, 149. Die Strömung sollte laminar und ohne wesentliche Turbulenzen oder Ablösungen von den Oberflächen 147, 149 verlaufen. Die Reynoldszahl sollte einen Wert von 3500 und vorzugsweise 2800 nicht übersteigen. Strömungsgeschwindigkeiten von 0,92 m/min (3 ft./minute) oder 1,22 m/min (4 ft./minute) oder weniger in den Kanälen zwischen den Plattenelementen 144 sind geeignet, wobei Werte von weniger als 0,61 m/min (2 ft./minute) bevorzugt sind.

Der Abstand zwischen den Platten bzw. zwischen gegenüberliegenden Oberflächen 147, 149 kann bei der Durchführung der vorliegenden Erfindung in Grenzen unterschiedlich sein. Die Platten sollten nicht so nahe beieinander liegen, daß

- 35 -

- 26 -

sie sich von den agglomerierten Teilchen leicht zusetzen lassen, andererseits aber nicht so nahe beieinanderliegen, daß die Zwischenräume zwischen den Platten so kleine Strömungswege bilden, daß der Durchtritt der Schmelze behindert wird. Wie bereits erwähnt, sollte die Schmelze langsam und laminar zwischen den Platten hindurchströmen. Ein Abstand von etwa 13 mm (1/2 in.), 25 mm (1 in.) oder 51 mm (2 in.) zwischen den gegenüberliegenden Oberflächen 147, 149 ist für die Durchführung der vorliegenden Erfindung ausreichend, obgleich auch Abstände bis zu 250 mm (10 in.) und mehr geeignet sein können. Der Winkel A für die Platten kann ebenfalls unterschiedlich sein. Die Platten sollten vorzugsweise nicht waagerecht verlaufen; dies würde die gewünschte Trennwirkung zwischen den Platten (je nach dem Gewicht relativ zur Schmelze auf- oder abwärts) und das gewünschte Entfernen des agglomerierten Materials aus den Zwischenräumen zwischen den Platten behindern. Am allgemeinsten umfaßt die vorliegende Erfindung Winkel von etwa 5 bis 90° relativ zur Waagerechten. Ein Winkel von 90° hat jedoch Nachteile (beispielsweise das Ausmaß des Entfernens von Teilchen); der Winkel ist daher zweckmäßigerweise geringer als 90°. Ein Winkel von etwa 10 bis 15° bis 70 oder 80° ist besser geeignet, wobei Werte von etwa 25° bis 50° bevorzugt sind. Ein Winkel A von 20 oder 30° bis 45° ist sehr gut geeignet für die Durchführung der vorliegenden Erfindung, insbesondere bei einem Abstand von etwa 13 mm (1/2 in.) oder 25 mm (1 in.) bis 51 mm (2 in.) zwischen den Platten oder schrägen Flächen bei der Behandlung einer Aluminiumschmelze.

- 36 -

- 27 -

Die Länge der Kanäle in Richtung der Metallströmung sollte derart gewählt sein, daß man genug Zeit für die gewünschte Trennung und Agglomeration von Teilchen erhält, um das Aufschwemmen der leichteren Teilchen und das Absinken der Teilchen zu erleichtern, die schwerer als die Schmelze sind. Vorzugsweise beträgt das Verhältnis der Kanallänge zum vertikalen Abstand (d) zwischen den Platten mindestens 5:1, vorzugsweise 8:1 oder 10:1, obgleich auch kleinere Verhältnisse in bestimmten Anwendungen brauchbar sein können. Die Platten 144 kann man durch Rohre oder andere zweckmäßige Mittel ersetzen, bei denen sich schräg verlaufende Oberflächen 147, 149 ergeben, die einen Kanal bzw. einen Strömungsweg für eine seitlich und abwärts gerichtete Bewegung der Schmelze im Kontakt mit diesen Flächen bilden, die als Stellen wirken, an denen die suspendierten Teilchen sich ansammeln, agglomerieren oder verschmelzen können. Während allgemein parallele Platten- oder Rohroberflächen für diesen Zweck geeignet sind, ist die Erfindung nicht auf diese speziellen Ausführungsformen beschränkt. Wesentlich ist, einen abwärts und vorzugsweise seitlich abwärts gerichteten Strömungsweg bzw. -kanal herzustellen, auf dem bzw. durch den die Schmelze in Berührung mit einer Oberfläche fließt, die diesen Strömungskanal mindestens teilweise einfaßt. Vorzugsweise bilden obere und untere schrägverlaufende Oberflächen die obere und untere Grenzfläche eines schrägen Strömungswegs oder -kanals für die Schmelze. Diese Oberflächen sind mit Vorteil gerade und glatt; sie lassen sich dann leichter herstellen, erleichtern die Ausbildung laminarer Strömungsbedingungen und verhindern ein Zusetzen. Die Oberflächen 147, 149 können jedoch auch gekrümmt, gewellt oder aufgeraut sein oder sonstwie von der in der

Fig. 2 gezeigten Anordnung abweichen. Während weiterhin im wesentlichen parallele Flächen 147, 149 bevorzugt sind, gilt dies im weitesten Sinn. Beispielsweise kann man gerauhte oder gewellte Oberflächen grob als eine einzige "Mittel"-Ebene auffassen, und eine gewisse Divergenz oder Konvergenz von nicht wesentlich mehr als 10° oder 15° soll hier als "im wesentlichen parallel" gelten.

Das verbesserte Verfahren ist besonders gut geeignet für die Behandlung einer Aluminiumschmelze und hat eine ausgeprägte Fähigkeit erwiesen, fein verteilte Teilchen - insbesondere fein verteilte Teilchen aus Salzphasen und insbesondere Salzphasen, die flüssig oder weniger dicht als Aluminium sind - zu entfernen. Während diese Salzphasen dazu neigen, in einer Schmelze zu schweben, falls die Teilchen groß genug sind, werden sie vom Aluminium mitgeführt, wenn sie Größen im Mikrometerbereich aufweisen; ihre Agglomeration oder Verschmelzung nach der vorliegenden Erfindung erleichtert daher ein leichtes Entfernen, da die auftreibenden Teilchen sich schließlich an der Oberfläche der Schmelze als leicht zu entfernende schwimmende Salzphase ansammeln. Die Verbesserung ist besonders gut anwendbar bei Al-Legierungen, die erhebliche Anteile von Magnesium enthalten; man hat diese Legierungen bisher einer Chlor- bzw. Halogenbehandlung unterworfen, mit der man Spurenelemente wie Natrium und Calcium entfernen wollte; vergl. hierzu das in der US-PS 3 839 019 beschriebene Verfahren. Nach einer Ausführungsform dieses Verfahrens behandelt man eine Aluminium- oder Al-Legierungsschmelze

- 28 -

- 29 -

mit einer Mischung aus Argon und Chlor (90 % A - 10 % Cl₂) um das Aluminium zu entgasen, Spurenelemente wie Natrium und Calcium zu entfernen und verunreinigende Oxidteilchen zu entfernen. Bei einer Al-Legierung mit erheblichem Magnesiumanteil (beispielsweise mehr als 2 bis 3 %; beispielsweise eine Legierung mit 3,5 bis 6 % Mg) enthält das ansonsten feste CaCl₂ und NaCl₂ aus dem Chlorieren der Spurenelemente Na und Ca eine kleine Menge flüssiges MgCl₂. Die Salz- und anderen Teilchen sind wegen des flüssigen MgCl₂ allgemein flüssig oder halbflüssig und würden, wenn zu größeren Teilchen verschmolzen, aus der Schmelze nach oben treiben. Während die behandelte Schmelze das Verfahren nach der US-PS 3 839 019 verläßt, reißt sie einige dieser Teilchen mit sich - insbesondere wo dieses Verfahren voll ausgeschöpft wird, um die Produktivität zu erhöhen, indem man den Al-Durchsatz pro Stunde steigert und als Rohstoff höhere Anteile von verunreinigtem Al-Schrott verwendet. Bei der Behandlung von Mg-haltigem Aluminium und insbesondere von 4 % oder mehr Mg enthaltenden Legierungen kann eine solche dispergierte Phase Probleme bei der Trennung aufwerfen und schließlich das Gußprodukt beeinträchtigen. Läßt man eine Einheit der in der US-PS 3 737 305 beschriebenen Art auf das Verfahren nach der US-PS 3 839 019 folgen, kann man zwar den Gesamtprozeß erheblich verbessern; es können jedoch Teilchen in Mikrometergröße die nutzbare Lebensdauer des Filterbetts der US-PS 3 737 305 verkürzen und die mit diesem Verfahren erreichbare Verbesserung der Nutzungsdauer empfindlich beeinträchtigen.

Daher ergibt sich eine besonders brauchbare Ausführungsform der vorliegenden Verbesserung in Kombination mit

- 29 -

- 30 -

einem Verfahren nach der US-PS 3 839 019, bei dem eine Aluminiumschmelze und insbesondere eine Schmelze aus Mg-haltigem Aluminium gereinigt wird, indem man sie mit Chlor behandelt, um das Chlor oder Chloride oder andere Halogenide mit metallischen Verunreinigungen (typischerweise Na, Ca und auch Mg) im Aluminium zu deren Chloriden bzw. Halogeniden umzusetzen. Dabei erfolgt die Chlorbehandlung in einem gerührten Bereich, beispielsweise einer Zone, die mit einer Drehvorrichtung wie einem Turbinenläufer von etwa 305 mm (12. in.) Außendurchmesser mit Flügeln von 51 mm im Quadrat durchgerührt wird, der mit etwa 150 bis 400 U/min läuft. Derartige Verfahren sind nützlich bei der Behandlung einer Aluminiumschmelze mit einem chlorhaltigen Gas, das beispielsweise etwa 90 % oder mehr Argon oder ein anderes nichtreagierendes Gas sowie 10 % oder etwas weniger Chlor enthält. Das verbesserte Verfahren kann zu erheblichen Verbesserungen der Gesamtqualität des Metalls aus dieser Behandlung führen, und eine geeignete Anordnung zum Erreichen dieser Verbesserung mit dem genannten Verfahren ist in Fig. 3 gezeigt, die es in sehr allgemeiner schematisierter Form darstellt.

In der Fig. 3 wird eine Aluminiumschmelze in der Kammer 212 durch Einführen einer Mischung aus Argon und Chlor behandelt, die in einem Leitungskanal (nicht gezeigt) in einer drehenden Welle 252 abwärts geführt wird, an deren unterem Ende sich ein Drehflügel 254 befindet. Bei der auf diese Weise durchgeführten Chlorbehandlung werden Natrium, Calcium, Strontium, Lithium und Magnesium zu ihren Chloridsalzen umgesetzt, die sich größtenteils zu einer überstehenden Salz-

04-02-83

3248883

- 40 -

- 31 -

schicht 210 sammeln. Zur verstärkten Behandlung lassen sich zwei oder mehr solcher Chlorierzonen parallel oder in Reihe betreiben. Nach dem Verlassen der Chlorkammer 212 fließt die Aluminiumschmelze unter der Trennwand 223 hindurch in eine Salzabtrennkammer 224, wo ihr die Wand 232 eine Richtungsänderung erteilt. Die Schmelze fließt dann abwärts durch die untergetauchten Kontaktflächen wie beispielsweise ein Bett 220 entsprechend der ersten Behandlung nach der vorliegenden Erfindung, wo die Schmelze mit einem Gas aus Argon und Chlor behandelt und durch die Streueinrichtung 250 eingeführt wird. Das Bett 220 besteht aus einem Füllmaterial nach den oben erläuterten Richtlinien. Die Aluminiumschmelze fließt unter der Wand 218 hindurch und dann aufwärts durch die Zone 248, die ebenfalls mit einer Füllung oder einer anderen untergetauchten Kontaktflächenschicht nach der Erfindung versehen sein kann, und die Schmelze kann auch mit durch die Streuvorrichtung 251 eingeführtem Gas behandelt werden. Die durch das Filterbett 220 abwärts hindurchtretenden feinen Salzteilchen agglomerieren zu größeren Teilchen, von denen einige aus dem Bett aufwärts zur überstehenden Salzschiicht 210 auftreiben. Dieser Vorgang wird unterstützt durch den Umstand, daß die die Trennzone 224 verlassenden, in der Schmelze mitgeführten Teilchen Auftrieb erfahren, aber sehr klein sind, so daß sie, wenn sie agglomerieren, in die Salzschiicht 210 aufsteigen. Dieser Effekt läßt sich mit dem durch die Streuvorrichtung 250 eingeführten Gas verstärken, das durch das Bett 220 aufwärts strömt. Die unter der Wand 218 durchfließende Schmelze kann weiter behandelt werden, indem man ein Füllungsbett in die Zone 248 aufnimmt, oder man kann sie einfach aufsteigen lassen, bis sie in die oberen Enden der Strömungswege zwischen den

- 41 -

- 32 -

schrägen Platten 244 eintritt. Liegt keine Füllung im Bereich 247 vor, steigen einige agglomerierte Teilchen, die unter der Wand 218 hindurchgetreten sind, einfach in die Salzschrift 242 auf. Falls die Zone 248 ein Bett enthält, tritt eine weitere Agglomeration auf und der Auftrieb der agglomerierten Teilchen trägt einige der frisch agglomerierten Teilchen sowie einige der agglomerierten Teilchen aus dem Bett 220 in die überstehende Salzschrift 242. Schließlich fließt die Aluminiumschmelze seitlich abwärts durch die Zwischenräume zwischen den Platten 244, wo eine weitere Agglomeration der Salz- und anderen Teilchen und ein Sammeln der das Bett 220 verlassenden agglomerierten Teilchen erfolgt. Wie bereits erläutert, sollte die Strömung in den Zwischenräumen zwischen den Platten 244 verhältnismäßig langsam und laminar sein. Dann fließt die Schmelze aufwärts durch die Auslaßkammer 230 zur nächsten Operation, typischerweise einem Gießvorgang.

Die vorliegende erfindungsgemäße Verbesserung ist auch brauchbar in Kombination mit Verfahren, in denen Aluminium mit Salzen sowie mit oder ohne einer gleichzeitigen Gasbehandlung behandelt wird, um Oxide, Gase oder verunreinigende Metalle zu entfernen, insbesondere wo bei einem solchen Verfahren die Schmelze kräftig durchgerührt wird, wie in den US-PSn 3 767 382 und 3 849 119 vorgeschlagen. Die Verbesserung ist daher sehr nützlich in Kombination mit Verfahren zur Behandlung von Aluminiumschmelzen mit halogen- oder chloraktiven Mitteln, bei denen sich als Reaktionsprodukt Salze bilden, die man vor dem Vergießen des Aluminiums sinnvollerweise von der Schmelze abtrennen sollte.

- 42 -

- 33 -

Während die schräg abwärts verlaufenden Platten 144 der Fig. 2 vielfach bevorzugt sind, lassen sich auch andere Anordnungen verwenden. Hierzu sei auf die stark schematisierte Darstellung der Fig. 4 verwiesen; sie zeigt die Platten 344 schräg aufwärts in Richtung der Schmelzenführung verlaufend. Die Schmelze tritt also in das System ein und fließt abwärts durch das Bett 340, wie sie mit einem (nicht gezeigten) Gas in Berührung treten kann. Nachdem sie unter der Wand 318 hindurchgeflossen ist, fließt die Schmelze zwischen den parallelen Platten 344 (in Fig. 4) aufwärts nach rechts, dann über die Trennwand 325, unter der Trennwand 324 hindurch und schließlich aus dem System hinaus. Die Teilchen werden zwischen den Platten 344 so abgetrennt, wie es zur Fig. 2 erläutert wurde, jedoch die auftreibenden Teilchen im Gleichstrom mit der Schmelze zwischen den Platten 344 geführt werden.

Beispiel 1

Für jeden Vergleich ist es ratsam, die gleiche Art und Qualität Metall (mit bzw. ohne Verschmutzung), die gleichen Strömungsstärken und gleiche andere Arbeitsbedingungen anzuwenden, um einen sinnvollen Vergleich zu erreichen. Dieser Vergleich ergibt sich aus dem folgenden Beispiel. In einer Anordnung entsprechend der Darstellung der Fig. 1 wurde nach dem Verfahren der US-PS 3 737 305 eine Aluminiumschmelze gereinigt. Das Filterbett enthielt einen Anteil feinteiliger (-6+14 mesh) Aluminiumoxidkörnchen in einer Dicke von 330 mm (13 in.) auf einem Substrat

3248883

- 43 -

- 34 -

von 19mm-Aluminiumoxidkugeln in einer Dicke von 152 mm. Die Schmelze wurde durch das Filterbett mit einer Oberflächengeschwindigkeit von etwa 0,06 m/min (0,2 ft./minute) geführt und mit einer Mischung aus 3 Teilen Chlor und 100 Teilen Argon bei einem Gasdurchsatz von etwa 0,22 Liter/h pro Quadratmeter (0,05 SCFH/sq.in.) Bettquerschnitt in der Waagerechten behandelt. Bei der Legierungsschmelze handelt es sich um eine US-Normlegierung Nr. 5182 mit 4 bis 5 % Magnesium und 0,2 bis 0,5 % Mangan, wie sie für die Deckel von aufreißbaren Getränkedosen weit verbreitet und als stark verunreinigter Schrott leicht erhältlich ist. Das Verfahren nach der US-PS 3 737 305 führte dabei zu einer erheblichen Verbesserung der Qualität der durchfließenden Schmelze, so daß das Material zum Auswalzen zu Blech für Dosenenden geeignet war. Im Verfahrensverlauf ließ sich jedoch ein allmählicher Anstieg des Schmelzenpegels über der Wand 16 beobachten und das Verfahren mußte wegen dieses Druckanstiegs nach 160 Stunden abgebrochen werden.

Die feinteiligen Teilchen und Aluminiumoxidkugeln wurden aus dem Gefäß entfernt und durch 1/2"-Raschig-Ringe aus Aluminiumoxid ersetzt, auf die eine Schicht aus 19mm-Aluminiumoxidkugeln aufgebracht wurde, wie in Fig. 1 gezeigt. Die gleiche, stark verunreinigte Al-Legierungsschmelze (US-Normart Nr. 5182) wurde nach der vorliegenden Erfindung durch diese Einheit geführt, und es wurde die gleiche überlegene Metallreinigungswirkung wie bei dem Verfahren nach der US-PS 3 737 305 erreicht, so daß das am Auslaß 21 abgenommene Metall erheblich verringerte Mengen an Gas, nichtmetallischen Verunreinigungen und Spu-

04-00-88

3248883

- 44 -

- 35 -

renelementen enthielt. Bei der Durchführung der Verbesserung mit den Ringkörpern als Kontaktmittel läßt sich jedoch auch nach 750 Stunden kein Pegelanstieg bemerken; das Verfahren wurde dann aus Gründen abgebrochen, die mit der vorliegenden Erfindung nichts zu tun haben. Während dieses Durchlaufs wurde in Abständen mit Gasstößen von 0,88 Liter/h pro Quadratcentimeter Bettquerschnitt in der Waagerechten (0,2 SCFH/sq.in.), d.h. etwa dem Vierfachen des normalen Gasdurchsatzes bei der Metallbehandlung gereinigt. In jedem Fall wurde während einer im Gießvorgang verursachten Unterbrechung der Schmelzströmung gereinigt. Während dieses Durchlaufs war keine andere Wartung oder Justage der Schmelzenbehandlung erforderlich und die Strömungsstärke, Qualität und Eigenschaften der Schmelze erwiesen sich nach 750 Std. als die gleichen wie in den ersten Betriebsstunden; dieser Umstand beweist die bemerkenswerte Verbesserung in der praktischen Anwendbarkeit der hier vorgeschlagenen Verbesserung.

Beispiel 2

Dünnes Blech aus der Al-Normlegierung Nr. 5182 mit 4 bis 5 % Magnesium sowie 0,2 bis 0,5 % Mangan wird für aufreißbare Getränkedosendeckel vielfach eingesetzt. Man stellt es her, indem man einen verhältnismäßig großen Barren oder Knüppel gießt, ihn homogenisiert und dann warm zu dickem Blech und schließlich kalt zu dünnem Blech auswalzt. Behandelt man die Legierung Nr. 5182 vor dem Gießen nach dem Verfahren der US-PS 3 839 019, um Natrium und Calcium zu entfernen,

- 45 -

- 36 -

reagiert ein Teil des vorhandenen Magnesiums zu $MgCl_2$ in Form winziger schwebender und auftreibender Teilchen. Diese Teilchen können sehr schwer zu entfernen sein. Falls die Schmelze sie in größeren Mengen zur Gießstation mitführen, können auf dem gegossenen Barren Oberflächenflecken aus Magnesium- und Aluminiumoxid auftreten. Diese Oxide verursachen beim nachfolgenden Walzen Kantenrisse, und zwar unter Umständen so stark, daß der Barren für das Auswalzen nicht mehr brauchbar ist. Das Vorliegen derartiger Oxidflecken in wesentlichen Mengen kann ein Auswalzen des Barren verhindern, da dann so viel Kantenmaterial weggeschnitten werden muß, daß die Verwertung unwirtschaftlich wird.

In einer Anzahl von Durchläufen wurde eine Legierung Nr. 5182 nach dem Verfahren der US-PS 3 839 019 behandelt und zu Barren gegossen. In weiteren Durchläufen wurde das gleiche Verfahren angewandt, aber gefolgt von dem verbesserten Verfahren nach der Fig. 2, einschließlich der Verwendung einer Chlor-Argon-Mischung, die in die Zone 140 eingeführt wurde. Das verbesserte System enthielt ein Bett 138 aus Raschig-Ringen mit einem Außendurchmesser von 12,7 mm (1/2 in.), einem Innendurchmesser von 9,5 mm (3/8 in.) und einer Länge von 12,7 mm (1/2 in.), wobei das Bett im Hauptströmungsweg (Unterkante der Wand 118 zur Oberkante des Betts) etwa 330 mm (13 in.) tief war. Fünf schräge Kanäle wurden zwischen parallelen Flächen in der Zone 136 vorgesehen. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 2 zusammengefaßt.

04-00-83

3248883

- 46 -

- 37 -

Tabelle 2

	<u>Natrium</u>		<u>Calcium</u>		<u>Oxid- Flecken</u>
	<u>vorher</u>	<u>nachher</u>	<u>vorher</u>	<u>nachher</u>	
nur US-PS 3 839 019	0,004	0,0003	0,003	0,0004	starke Oxid- fleckbildung
US-PS 3 839 019 mit Verbesse- rung	0,004	0,0000	0,003	0,0002	keine Oxid- flecken

Es ist zu ersehen, daß die vorliegende Verbesserung die Bildung von Oxidflecken auf den Barren vollständig eliminiert und weiterhin weit mehr Na und Ca entfernt als mit dem Verfahren nach der US-PS 3 839 019 möglich ist, wobei darauf hingewiesen wird, daß das Verfahren nach der US-PS 3 839 019 wegen seines anerkannten Wertes erheblichen kommerziellen Erfolg gehabt hat. Die Verwendung dieses Verfahrens läßt sich jedoch mit der hier vorgeschlagenen Verfahrensweise weiter verbessern, wobei man nicht nur das Entfernen von Na und Ca verbessert, sondern auch die Oxidflecken auf den Barrenoberflächen vollständig eliminieren kann, die zuweilen bei Al-Legierungen mit wesentlichen Magnesiumanteilen auftreten.

An Aluminiumschmelzen durchgeführte Tests haben die Wirksamkeit der hier vorgeschlagenen Verbesserung insbesondere beim Entfernen von salzhaltigen Verunreinigungen bewiesen. Dabei wurden Schmelzenproben an Stellen entsprechend (in Fig. 2) dem Einlaßteil 120 (vor der Behand-

lung), der Zone 148 (Zwischenbereich) und der Auslaßkammer 130 (nach der Behandlung) entnommen, die Proben in Graphit-Probenbehältern verfestigt und die Behälter dann aufgeschnitten und unter 50-facher Vergrößerung untersucht. Wenn man sie der Atmosphäre aussetzt, nehmen Salz-Verunreinigungen Feuchtigkeit so schnell auf, daß, während das Metall verfestigt, das Salz und die Feuchtigkeit größere kugelförmige Einschlüsse bilden, die sowohl qualitativ als auch quantitativ als Anzeichen für das Vorliegen von Salz-Verunreinigungen dienen können. Die Untersuchung der Probe des unbehandelten Metalls (vom Einlaßende) ergab eine Vielzahl von Kugeleinschlüssen, wobei mehrere Kugeln unterschiedlicher Größe sichtbar waren. Die Untersuchung des Aluminiums aus der Zone 148 ergab weniger als die Hälfte der Anzahl von Kugeleinschlüssen und deren Größe war auch weit geringer. Die Untersuchung des Aluminiums aus der Auslaßkammer 130 ergab das vollständige Fehlen von Kugeleinschlüssen, so daß ein weiterer Beweis für die Wirksamkeit des vorgeschlagenen Systems erbracht war.

Während in der vorgehenden Beschreibung die Verbesserung in ihrer Anwendung auf die Behandlung von Aluminiumschmelzen betont wurde, ist sie nicht eingeschränkt auf Leichtmetall, Magnesium und andere Metalle. Während auch erhebliche Betonung auf schwebende bzw. auftreibende salzführende Teilchen gelegt worden ist, hat sich ergeben, daß die Erfindung auch zum Entfernen von Verunreinigungen in Form nichtauftreibender Teilchen beispielsweise von Titandiborid (TiB_2) sowie von Aluminium- und andere Oxidteilchen geeignet ist.

MONCHEN
Plenzensauerstr. 2
8000 München 60
Telefon: (089) 98 03 24,
98 72 55, 98 68 00
Telecopy Gr. II: (089) 222 066
Kabet: Quadratur München
Telec: 522 787 quam d
BERLIN
Kurfürstendamm 182/183
1000 Berlin 15
Telefon: (030) 8 53 70 78 / 79
Kabet: Quadratur Berlin

RUSCHKE & PARTNER
PATENTANWÄLTE

- 39 -

München, den 4. Feb. 1983

Dr.-Ing. Hans Ruschke 1932-1980

Dipl.-Ing. Hans E. Ruschke

Dipl.-Ing. Olaf Ruschke

Dipl.-Ing. Jürgen Rost

Dipl.-Chem. Dr. Ulrich Rotter

Zugelassen beim Europäischen Patentamt
Admitted to the European Patent Office

* in Berlin

3248883

A 1951 AO

ALUMINUM COMPANY OF AMERICA

Alcoa Building, Pittsburgh, Pennsylvania, V.St.A.

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Verfahren zur Behandlung einer Metallschmelze zum Entfernen von in ihr suspendierten Teilchen, dadurch gekennzeichnet, daß das Metall durch eine Schicht aus in ihm untergetauchten, sie nicht verunreinigenden Kontaktflächenelementen mit einem durchschnittlichen Hohlraumanteil von mindestens 0,5 und einer spezifischen Oberfläche von mindestens $82 \text{ m}^2/\text{m}^3$ führt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die spezifische Oberfläche $246 \text{ m}^2/\text{m}^3$ (75 sq.ft./cu.ft.) oder mehr beträgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Hohlraumanteil 0,7 oder mehr beträgt.
4. Verfahren nach Anspruch 1 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß die spezifische Oberfläche $164 \text{ m}^2/\text{m}^3$ (50 sq.ft./cu.ft.) oder mehr beträgt.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Metall mit einer Oberflächengeschwindigkeit von nicht mehr als 0,15 m/min (0,5 ft./minute) durch die Kontaktmittelschicht fließt.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Metall mit einer Oberflächengeschwindigkeit von 0,12 m/min (0,4 ft./minute) oder weniger durch die Kontaktmittelschicht fließt.

7. Verfahren nach einem der vorgehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man die durch die nichtverunreinigenden untergetauchten Kontaktflächenelemente fließende Schmelze mit einem Gas behandelt.

8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß man das Gas im Gegenstrom zur Schmelze führt.

9. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß man das Gas im Gleichstrom mit der Schmelze führt.

10. Verfahren nach einem der vorgehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man in Abständen (nicht kontinuierlich) durch die Kontaktmittelschicht ein Gas mit einer Strömungsstärke hindurchschickt, daß die Kontaktmittelschicht stark genug gestört wird, um die aus der zuvor durch die Schicht geflossenen Schmelze entfernten Teilchen

zu lösen und sie aus der Kontaktmittelschicht zu entfernen, wobei die Teilchen unter der Wirkung des Gases aus der Kontaktmittelschicht aufsteigen.

11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß der Fluß der Schmelze durch die Kontaktmittelschicht während der Gasreinigung der Schicht unterbrochen wird.

12. Verfahren nach einem der vorgehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Aufwärtsbewegung der Kontaktmittelschicht verhindert, indem man sie beschwert.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die suspendierten Teilchen auch agglomerierbare feine suspendierte Teilchen sind, die man behandelt, um sie auf eine Größe zu agglomerieren, bei der sie sich durch die Schwerkraft von der Schmelze trennen und leichter aus der Schmelze entfernen lassen, wobei man die die Teilchen enthaltende Schmelze durch das Kontaktmittel aus untergetauchten nichtverunreinigenden Kontaktflächenelementen fließen läßt, so daß die Teilchen teilweise agglomerieren und durch Schwerkraft von der Schmelze trennbar werden.

14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß die durchschnittliche Oberflächengeschwindigkeit der durch die Schicht aus untergetauchten nichtverunreinigenden Oberflächen fließenden Schmelze nicht mehr als 1,5 m/min (5 ft./minute) beträgt.

- 4 -

- kol -

15. Verfahren nach Anspruch 13 oder 14, dadurch gekennzeichnet, daß die durchschnittliche Oberflächengeschwindigkeit der durch die Schicht aus untergetauchten nichtverunreinigenden Oberflächen fließenden Schmelze größer als 0,15 m/min (0,5 ft./minute) ist.

16. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Oberflächengeschwindigkeit 0,18 m/min (0,6 ft./minute) oder mehr beträgt.

17. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß die durchschnittliche Oberflächengeschwindigkeit der durch die Schicht aus untergetauchten nichtverunreinigenden Oberflächen fließenden Schmelze 0,15 m/min (0,5 ft./minute) bis 0,92 m/min (3 ft./minute) beträgt.

18. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß man die in der Schicht aus untergetauchten nichtverunreinigenden Kontaktflächen agglomerierte Teilchen enthaltende Schmelze durch mindestens einen schräg verlaufenden Kanal führt, der von mindestens einer schräg verlaufenden Fläche eingefast ist, wobei die Bewegung im Kanal als laminare Strömung erfolgt, um die Teilchen durch die Schwerkraft aus der fließenden Schmelze zu der schrägen Oberfläche hin zu entfernen.

19. Verfahren nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet,
daß man mit einer Vielzahl von schräg verlaufenden Kanälen
eine Vielzahl von schrägen Oberflächen ausbildet.

20. Verfahren nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet,
daß man eine Vielzahl von schräg verlaufenden Kanälen zwi-
schen im wesentlichen parallelen Oberflächen vorsieht.

21. Verfahren nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet,
daß man eine Vielzahl von schräg verlaufenden Kanälen zwi-
schen im wesentlichen flachen parallelen Oberflächen vor-
sieht.

22. Verfahren nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet,
daß man die Oberflächen in einem Abstand von etwa 13 mm
(1/2 in.) bis 51 mm (2 in.) anordnet.

23. Verfahren nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet,
daß man eine Vielzahl von Kanälen durch eine Vielzahl von
schräg verlaufenden, im wesentlichen parallelen Rohren her-
stellt.

24. Verfahren nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet,
daß man eine Vielzahl von Kanälen als Vielzahl schräg ver-
laufender, im wesentlichen paralleler Rohre vorsieht.

25. Verfahren nach Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, daß man die Oberflächen unter einem Winkel zwischen 10° und 70° aus der Waagerechten geneigt verlaufend anordnet.

26. Verfahren nach Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, daß man die Oberflächen in einem Abstand von 13 mm ($1/2$ in.) bis 51 mm (2 in.) und unter einem Winkel zwischen 20° und 45° zur Waagerechten verlaufend anordnet.

27. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 bis 26, dadurch gekennzeichnet, daß man das Metall seitlich abwärts durch eine Vielzahl von schräg verlaufenden Kanälen führt und agglomerierte Teilchen sich auf den die Kanäle einfassenden oberliegenden Oberflächen sammeln, aufwärtswandern und vom oberen Rand der oberliegenden Oberflächen aus aufsteigen läßt.

28. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 bis 27, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Aluminiumschmelze behandelt, die suspendierte Teilchen in einem Bereich von 1 bis 50 μm enthält, die man in der Schicht aus untergetauchten nichtverunreinigenden Kontaktflächen zu Teilchen von mehr als 50 μm agglomerieren läßt, die sich durch die Schwerkraft von der fließenden Aluminiumschmelze abtrennen lassen.

29. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 bis 28, dadurch gekennzeichnet, daß man die Schmelze durch den

- 1 -

- 45 -

schräg verlaufenden Kanal bei einer Reynoldszahl von nicht mehr als 3500 fließen läßt.

30. Verfahren nach Anspruch 29, dadurch gekennzeichnet, daß man die Schmelze durch den schräg verlaufenden Kanal bei einer Reynoldszahl von nicht mehr als 2800 und im wesentlichen frei von Turbulenz oder Strömungsablösung an der schrägen Oberfläche fließen läßt.

31. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 bis 27, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Schmelze aus einem Leichtmetall aus der aus Aluminium und Magnesium bestehenden Gruppe behandelt.

32. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 bis 31, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Schmelze aus Aluminium behandelt.

33. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 bis 32, dadurch gekennzeichnet, daß die Teilchen aus auftreibendem Halogenidsalz bestehen.

34. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 bis 33, dadurch gekennzeichnet, daß die Teilchen ein flüssiges auftreibendes Halogenidsalz sind.

- 8 -

- 46 -

35. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 bis 34, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Gas in die Schicht aus nichtverunreinigenden Kontaktflächen einführt.

36. Verfahren nach Anspruch 35, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei dem Gas um ein nichtreagierendes Gas handelt.

37. Verfahren nach Anspruch 35, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei dem Gas um ein halogenhaltiges Gas handelt.

38. Verfahren nach Anspruch 35, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei dem Gas um eine Mischung eines nichtreagierenden Gases mit einem in kleinerer Menge als dieses vorliegenden halogenhaltigen Gas handelt.

39. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 bis 38, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Gas in die Schicht aus untergetauchten nichtverunreinigenden Oberflächen mit einer ersten Strömungsstärke einführt und die Strömungsstärke in Abständen erhöht, um agglomerierte Teilchen aus der Schicht herauszulösen und letztere zu reinigen und die agglomerierten Teilchen aus der Schicht aufsteigen und eine auf der Schmelze schwimmende Phase bilden zu lassen.

40. Verfahren nach Anspruch 39, dadurch gekennzeichnet, daß die verstärkte Gasströmung mindestens doppelt so stark

- 4 -

- 47 -

wie die erste Gasströmungsstärke ist.

41. Verfahren nach Anspruch 39 oder 40, dadurch gekennzeichnet, daß man die Bewegung der Schmelze durch die Schicht aus untergetauchten Kontaktflächen beim Anlegen der verstärkten Gasströmung unterbricht.

42. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 bis 41, dadurch gekennzeichnet, daß man die Schmelze auf einer Abwärtsbahn durch die Schicht aus nichtverunreinigenden Kontaktflächen führt.

43. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 bis 42, dadurch gekennzeichnet, daß die durchschnittliche Verweilzeit der Schmelze in der Schicht aus untergetauchten Kontaktflächen 0,75 min oder länger ist.

44. Verfahren nach einem der Ansprüche 18 bis 43, dadurch gekennzeichnet, daß man die Schmelze abwärts durch eine erste Schicht aus den untergetauchten nichtverunreinigenden Kontaktflächen und dann aufwärts durch eine zweite Schicht aus den untergetauchten nichtverunreinigenden Kontaktflächen führt.

45. Verfahren nach Anspruch 44, dadurch gekennzeichnet, daß man die Schmelze in der ersten Schicht im Gegenstrom zum aufsteigenden Gas und in der zweiten Schicht im Gleichstrom mit dem aufsteigenden Gas führt.

04-02-83

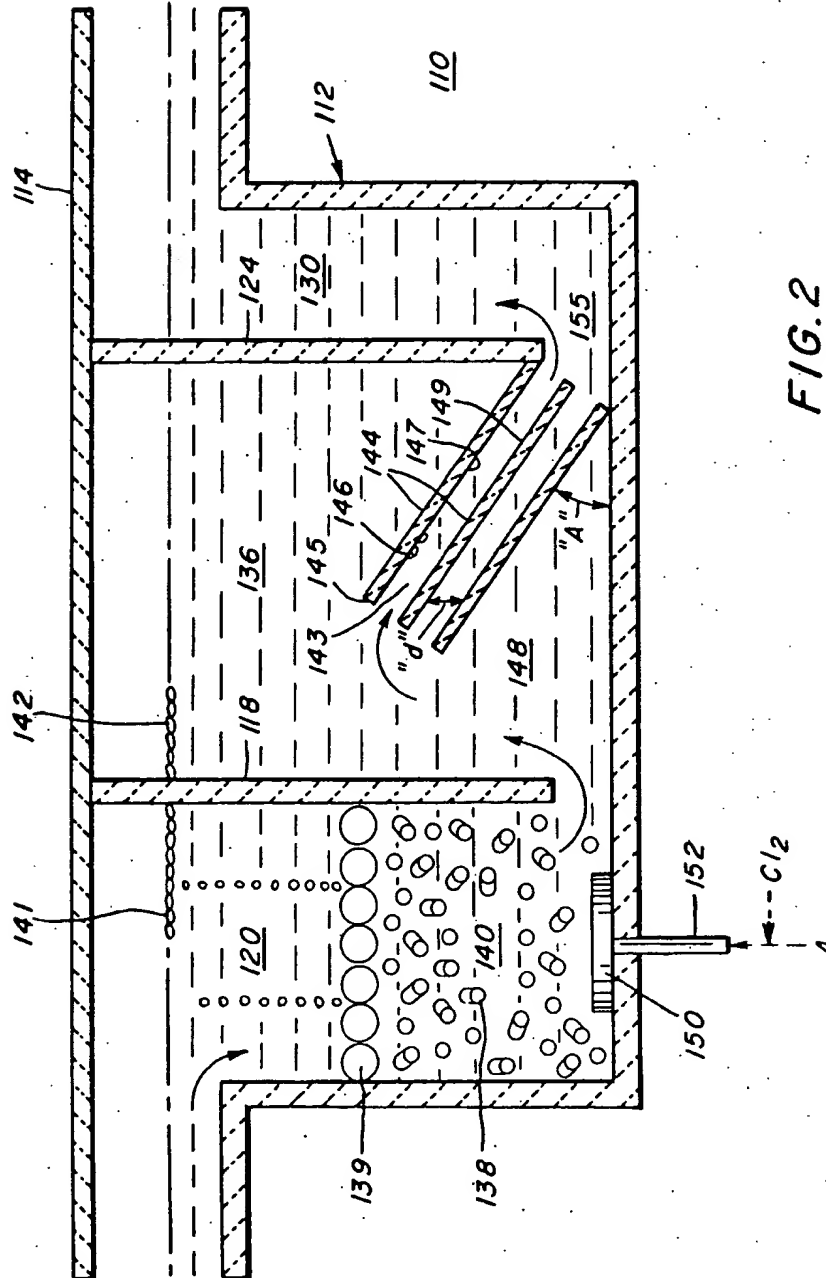
- 10 -

- 48 -

46. Verfahren nach einem der vorgehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die nichtverunreinigenden Oberflächenelemente aus hochtemperaturfestem Material (Aluminiumoxid für Aluminium) bestehen.

47. Verfahren nach einem der vorgehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei den untergetauchten nichtverunreinigenden Kontaktflächenelementen in der Schicht um ringförmige Körper handelt.

48. Verfahren nach einem der vorgehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei den untergetauchten nichtverunreinigenden Kontaktflächenelementen in der Schicht um sattelförmige Körper handelt.



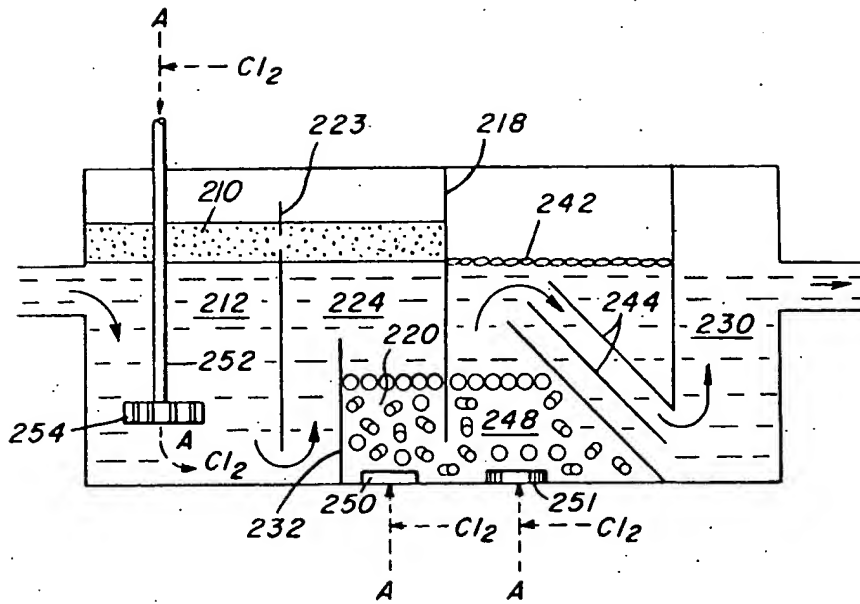


FIG. 3

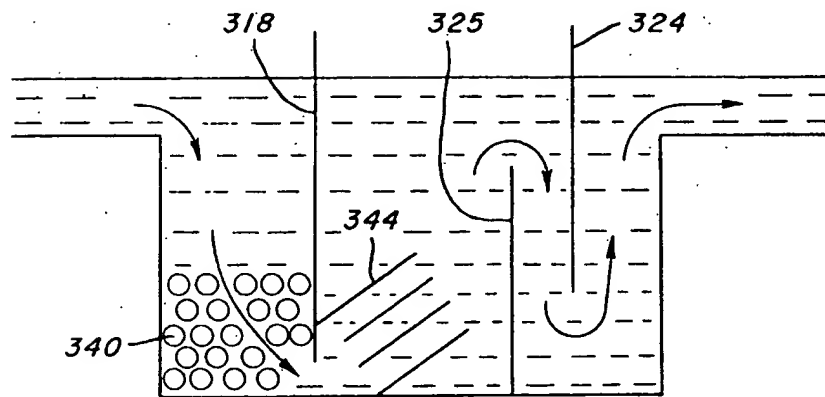


FIG. 4

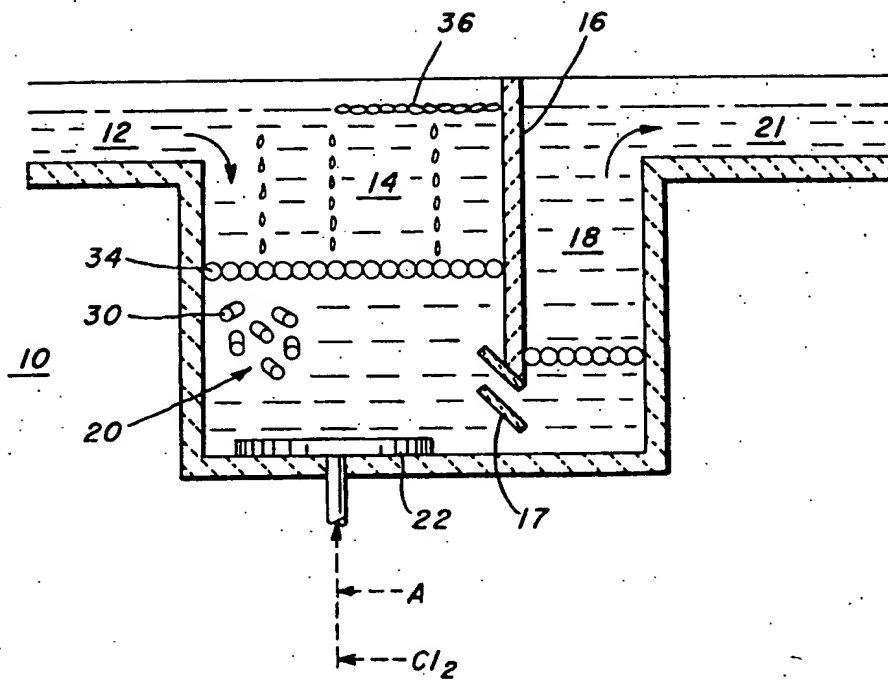


FIG. 1

Deutsches Patent- und Markenamt

München, den 25. Juni 2001

Telefon: (0 89) 21 95 - 3214

Aktenzeichen: 100 55 523.3-24

Anmelder: VAW aluminium AG

Deutsches Patent- und Markenamt - 80287 München

Patentanwälte
Cohausz & Florack
Kanzlerstr. 8A

40472 Düsseldorf

Eingang			
11. JULI 2001			
Frist bis: 11.7.01			
Bearbeiter	h1	Erledigt	Gesamt

Ihr Zeichen: GS/jo 001103

Bitte Aktenzeichen und Anmelder bei
allen Eingaben und Zahlungen angeben

Zutreffendes ist angekreuzt ☒ und/oder ausgefüllt

Prüfungsantrag, wirksam gestellt am 4. Dezember 2000

Eingabe vom

eingegangen am

Die Prüfung der oben genannten Patentanmeldung hat zu dem nachstehenden Ergebnis geführt.

Zur Äußerung wird eine Frist von

zwei Monat(en)

gewährt, die mit der Zustellung beginnt.

Für Unterlagen, die der Äußerung gegebenenfalls beigelegt werden (z.B. Beschreibung, Beschreibungsteile, Patentansprüche, Zeichnungen), sind je zwei Ausfertigungen auf gesonderten Blättern erforderlich. Die Äußerung selbst wird nur in einfacher Ausfertigung benötigt.

Werden die Beschreibung, die Patentansprüche oder die Zeichnungen im Laufe des Verfahrens geändert, so hat der Anmelder, sofern die Änderungen nicht vom Deutschen Patent- und Markenamt vorgeschlagen sind, im Einzelnen anzugeben, an welcher Stelle die in den neuen Unterlagen beschriebenen Erfindungsmerkmale in den ursprünglichen Unterlagen offenbart sind.

Hinweis auf die Möglichkeit der Gebrauchsmusterabzweigung

Der Anmelder einer nach dem 1. Januar 1987 mit Wirkung für die Bundesrepublik Deutschland eingereichten Patentanmeldung kann eine Gebrauchsmusteranmeldung, die den gleichen Gegenstand betrifft, einreichen und gleichzeitig den Anmeldetag der früheren Patentanmeldung in Anspruch nehmen. Diese Abzweigung (§ 5 Gebrauchsmustergesetz) ist bis zum Ablauf von 2 Monaten nach dem Ende des Monats möglich, in dem die Patentanmeldung durch rechtskräftige Zurückweisung, freiwillige Rücknahme oder Rücknahmefiktion erledigt, ein Einspruchsverfahren abgeschlossen oder - im Falle der Erteilung des Patents - die Frist für die Beschwerde gegen den Erteilungsbeschluss fruchtlos verstrichen ist. Ausführliche Informationen über die Erfordernisse einer Gebrauchsmusteranmeldung, einschließlich der Abzweigung, enthält das Merkblatt für Gebrauchsmusteranmelder (G 6181), welches kostenlos beim Patent- und Markenamt und den Patentinformationszentren erhältlich ist.

**Annahmestelle und
Nachbriefkasten**
nur
Zweibrückenstraße 12

Hauptgebäude
Zweibrückenstraße 12
Zweibrückenstraße 5-7 (Breiterhof)
Markenabteilungen:
Cincinnatistraße 64
81534 München

Hausadresse (für Fracht)
Deutsches Patent- und Markenamt
Zweibrückenstraße 12
80331 München

Telefon (089) 2195-0
Telefax (089) 2195-2221
Internet: <http://www.dpma.de>

Bank:
Landeszentralbank München
Kto.Nr.: 700 010 54
BLZ: 700 000 00

P 2401.1
08.00
02/01

S-Bahnanschluss im
Münchner Verkehrs- und
Tarifverbund (MUV):



Zweibrückenstr. 12 (Hauptgebäude)
Zweibrückenstr. 5-7 (Breiterhof)
S1 - S8 Haltestelle Isartor

Cincinnatistraße:
S2 Haltestelle Fasangarten
Bus 98 / 99 (ab S-Bahnhof Giesing) Haltestelle Cincinnatistraße

In dies, m Bescheid sind folgende Entgegenhaltungen erstmalig genannt. (Bei deren Nummerierung gilt dies auch für das weitere Verfahren):

- (1) DE/VO 32 48 883 A1
- (2) EP 696 646 A2
- (3) Glesserei-Erfahrungsaustausch, Okt. 1998, S. 458
- (4) Aluminium 74, 1998, 1/2, S. 40 - 44

Ein der Patentfähigkeit entgegenstehender Stand der Technik konnte nicht ermittelt werden. In der Beschreibung sind neben dem Stand der Technik auch die Druckschriften zu nennen, aus denen sich dieser ergibt. Sind dem Anmelder keine Druckschriften bekannt, können (1) bis (4) gewürdigt werden.

Im Anspruch 4 ist das fakultative Merkmal "vorzugsweise" zu streichen. Sein Gegenstand kann Merkmal eines weiteren Unteranspruchs sein, sofern das Merkmal nicht entbehrlich ist. In der Figur ist "10" zu ergänzen.

Bei Einreichung überarbeiteter Unterlagen kann eine Patenterteilung erfolgen.

Prüfungsstelle für Klasse C22B

Hensel

Hausruf 4599

Anlagen: 4 Entgegenhaltungen 2x

Ri



Ausgeteilt
Piegt
Rev. Angek. d. H.

16. October 2002

GS/zi 001103US

U.S. patent application 09/986,446
Kuchenfiltration

Translation of the part of the German examination report indicating the
relevance of all cited documents, page 2 section 2:

[...]

Prior art opposing to the patentability could not be ascertained. In the
description beside the state of the art the references disclosing the prior
art should be mentioned. If no references are known by the assignee the cited
references (1) to (4) shall be mentioned.

[...]